

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-33419

(43) 公開日 平成7年(1995)2月3日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 31/02	1 0 1 Z			
B 0 1 D 46/02		Z 7446-4D		
C 0 1 G 1/00		S		

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平5-199083

(22) 出願日 平成5年(1993)7月16日

(71) 出願人 593006630

学校法人立命館

京都府京都市北区等持院北町56番地の1

(72) 発明者 堀内千尋

滋賀県大津市清風町26の10

(72) 発明者 中山康之

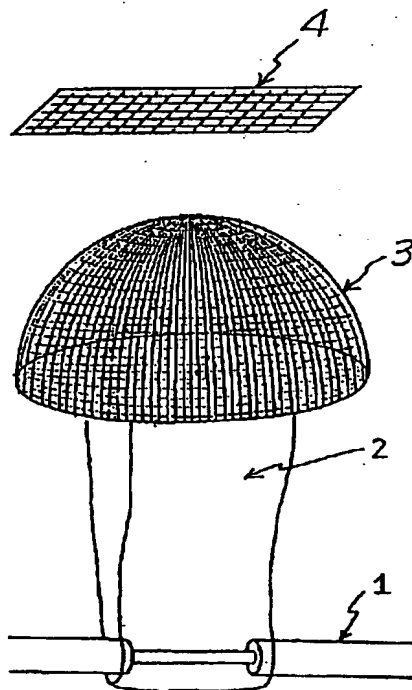
京都府京都市伏見区桃山紅雪町87

(74) 代理人 弁理士 新実 健郎 (外1名)

(54) 【発明の名称】 カーボン60を採集するための方法および装置

(57) 【要約】

【構成】 不活性ガス雰囲気中に対のアーカ放電用炭素電極1を配置しアーカ放電を行う。炭素電極1から発生する煙2の対流中における $C_{60}$ の分子が結晶化しない温度領域に、 $C_{60}$ の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉する第1のネット3を配置する。煙の対流中における第1のネット3の下流側（上方）であって $C_{60}$ の分子が結晶化する温度領域に、 $C_{60}$ の結晶を付着せしめる第2のネット4を配置する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 不活性ガス雰囲気中に対のアーカ放電用炭素電極を配置してアーカ放電を行い、前記対の炭素電極から発生する煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に、前記カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段を配置し、前記煙の対流中における前記フィルター手段の下流側であってカーボン60の分子が結晶化する温度領域に、前記カーボン60の結晶を付着せしめる採集手段を配置したことを特徴とするカーボン60を採集するための方法。

【請求項2】 前記フィルター手段を前記煙の対流中における温度400～500℃の領域に配置し、前記採集手段を前記煙の対流中における温度300～350℃の領域に配置したことを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記フィルター手段はネットからなっていることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の方法。

【請求項4】 真空槽と、前記真空槽の内部に配置された対のアーカ放電用炭素電極と、前記対の炭素電極に接続された外部電源と、前記真空槽の内部における前記炭素電極の上方に配置された、カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段と、前記真空槽の内部における前記フィルター手段の上方に配置されたカーボン60の結晶を付着せしめる採集手段と、前記真空槽に接続された真空ポンプと、前記真空槽に接続された不活性ガス供給手段と、前記真空槽に接続された真空計とを有しており、前記フィルター手段は、アーカ放電時に前記対の炭素電極から生じる煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化する温度領域に配置されていることを特徴とするカーボン60を採集するための装置。

【請求項4】 前記フィルター手段はネットからなっていることを特徴とする請求項3に記載の装置。

【請求項5】 前記ネットはドーム状をなし、前記ドームの開口が前記炭素電極を臨むように配置されていることを特徴とする請求項4に記載の装置。

【請求項6】 前記フィルター手段は、前記煙の対流中における温度400～500℃の領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中における温度300～350℃の領域に配置されていることを特徴とする請求項3～請求項5のいずれかに記載の装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【従来の技術】カーボン60（以下、「C<sub>60</sub>」という）は、K<sub>2</sub>C<sub>60</sub>（19.28）、K<sub>2</sub>RbC<sub>60</sub>（21.8）（括弧内は転移温度(K)である）等の、転移温度T<sub>c</sub>が相対的に高温の超伝導性塩を形成するため、近年注目されており、C<sub>60</sub>を採集するための方法が既に知られている。このC<sub>60</sub>の採集法によれば、まず最初、ガス中蒸発法でススが採集される。スス中にはC<sub>60</sub>分子が約10%含まれており、残り約90%が非晶質カーボン粒子である。集められたススはベンゼン、トルエン等の有機溶媒中に溶かされる。このとき、非晶質カーボン粒子は有機溶媒に溶けないが、C<sub>60</sub>分子は有機溶媒に溶ける。よってC<sub>60</sub>分子が溶けた有機溶媒を除去することによってC<sub>60</sub>分子が分離された後、精製される。

【0002】以下に、ガス中蒸発法によるススの採集について簡単に説明をする。ベルギー内に対のアーカ放電用炭素棒を配置し、約100 Torrの不活性ガスの雰囲気中でアーカ放電を行い、炭素棒を加熱する。このとき、炭素棒は3000℃以上の温度に達し、炭素棒の近傍で炭素棒から発生した炭素蒸気が雰囲気中のガス分子と衝突、凝縮してクラスターを作り、クラスター上に蒸気が吸着し、気相成長して固体粒子（スス）となる。そして、ススがガスの対流とともに上昇し煙を形成する。このススを適当な手段、例えば、ベルギーの内側面、あるいは、炭素棒の上方に配置したガラス板等に付着せしめて採集する。

【0003】しかしながら、この採集法は非常に手間がかかるうえ、効率が非常に悪く、1日の作業でC<sub>60</sub>分子を約100～150mg採集するのがやっとなのであるというのが現状である。このため、C<sub>60</sub>分子は、現在、市場において1gが数万円もする。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】したがって、本発明の課題は、従来のC<sub>60</sub>の採集法の欠点を解消すべく、C<sub>60</sub>分子を簡単にかつ効率良く採集することができる方法および装置を提供すること、そしてそれによってC<sub>60</sub>分子を安価に提供できるようにすることである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者は、ガス中蒸発法において、炭素棒から発生する煙の温度を、炭素棒からの高さの関数として測定した。測定の結果、煙の温度は、煙が上昇するにつれて急激に低下し、炭素棒から約60mmの高さの地点で既にC<sub>60</sub>分子が結晶化する温度の程度にまで低下していることを発見した。そして、この温度特性を利用することによって、炭素棒からの高さに関係してC<sub>60</sub>と非晶質カーボン粒子とを容易に分離採集することができることに想到した。

【0006】すなわち本発明は、不活性ガス雰囲気中に対のアーカ放電用炭素電極を配置してアーカ放電を行い、前記対の炭素電極から発生する煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に、前記

3

カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段を配置し、前記煙の対流中における前記フィルター手段の下流側であってカーボン60の分子が結晶化する温度領域に、前記カーボン60の結晶を付着せしめる採集手段を配置したことを特徴とするカーボン60を採集するための方法を構成したものである。

【0007】このとき、前記フィルター手段を前記煙の対流中における温度400～500℃の領域に配置し、前記採集手段を前記煙の対流中における温度300～350℃の領域に配置することが好ましい。また、ガスの対流、すなわち煙の対流をできるだけ乱すことなくフィルター機能を達成するため、前記フィルター手段はネットからなっていることが好ましい。

【0008】さらに、上記の方法を実施するのに適した装置として、真空槽と、前記真空槽の内部に配置された一対のアーク放電用炭素電極と、前記一対の炭素電極に接続された外部電源と、前記真空槽の内部における前記炭素電極の上方に配置された、カーボン60の分子は通過せしめるが非晶質カーボン粒子を捕捉するフィルター手段と、前記真空槽の内部における前記フィルター手段の上方に配置されたカーボン60の結晶を付着せしめる採集手段と、前記真空槽に接続された真空ポンプと、前記真空槽に接続された不活性ガス供給手段と、前記真空槽に接続された真空計とを有しており、前記フィルター手段は、アーク放電時に前記一対の炭素電極から生じる煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化しない温度領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中におけるカーボン60の分子が結晶化する温度領域に配置されていることを特徴とするカーボン60を採集するための装置を構成したものである。

【0009】好ましくは、前記フィルター手段はネットからなっている。また、前記ネットはドーム状をなし、前記ドームの開口が前記炭素電極を臨むように配置されていることが好ましい。さらに、前記フィルター手段は、前記煙の対流中における温度400～500℃の領域に配置され、前記採集手段は、前記煙の対流中における温度300～350℃の領域に配置されていることが好ましい。

【0010】

【作用】本発明の構成において、炭素の成形体から発生した煙は、ガスの対流とともに上昇する。そして、煙がフィルター手段を通過するとき、煙の中に含まれる非晶質カーボン粒子の大部分はフィルター手段によって捕捉されるが、結晶化せずに分子状態のままのC<sub>60</sub>はフィルター手段を通過する。C<sub>60</sub>を多量に含んだ煙は、ガスの対流とともにさらに上昇し、採集手段に達する。そしてここでC<sub>60</sub>の分子は結晶化し、採集手段に付着する。

【0011】

【実施例】以下、添付図面を参照して本発明の好ましい

4

実施例について説明する。図1は、本発明によるC<sub>60</sub>を採集するための方法を説明した概略図である。図1において、一対の炭素電極1が約100 Torrの不活性ガスの雰囲気中に配置され、例えばアーク放電によって加熱されると、炭素電極1は3000℃以上の温度に達し、炭素電極1の近傍で炭素電極1から発生した炭素蒸気が雰囲気中のガス分子と衝突、凝縮してクラスターを作る。そして、クラスター上に炭素蒸気が吸着し、気相成長して固体粒子（スス）となり、このススが加熱によるガスの対流とともに上昇し、煙2を形成する。

【0012】このとき、煙2の温度を炭素電極1からの高さの関数として測定すると、図3に示したグラフのようになる。このグラフから明らかなように、煙2の上昇につれて、煙2の温度は急激に低下することがわかる。この温度特性を利用すれば、炭素電極1の高さに関係して非晶質カーボン粒子とC<sub>60</sub>を分離採集することができる。

【0013】すなわち、煙の対流中におけるC<sub>60</sub>の分子が結晶化しない温度領域に、C<sub>60</sub>の分子は通過させるが非晶質カーボン粒子は捕捉するフィルター手段3を配置し、さらに煙の対流中におけるフィルター手段の下流側（上方）であってC<sub>60</sub>の分子が結晶化する温度領域にC<sub>60</sub>の結晶を付着させる採集手段4を配置する。この場合、フィルター手段3は、煙の対流をなるべく乱さずに所期のフィルター機能を達成できるものが好ましく、例えば、一定の大きさのメッシュを有する第1のネットが用いられる。また、採集手段4は、C<sub>60</sub>の結晶を付着させるものであればどのようなものであってもよいが、フィルター手段3と同様、ガスの対流をなるべく乱さないものが好ましく、例えば、一定の大きさのメッシュを有する第2のネットが用いられる。

【0014】こうして、炭素電極1から発生した煙は、ガスの対流とともに上昇する。そして、煙が第1のネット3（フィルター手段）を通過するとき、煙中の非晶質カーボン粒子の大部分は第1のネット3に付着して捕捉されるが、C<sub>60</sub>の分子は第1のネット3のメッシュを通過し、第2のネット4に向かってさらに上昇する。そして、第2のネット4上において結晶化し、ネット4に付着する。第2のネット4に一定量のススが付着した時点で第2のネット4を回収し、付着したススをハケによって落として集めればC<sub>60</sub>が簡単に得られる。なお、採集の途中で第1のネットが目詰まり状態となった場合には、適宜、ハケ等によって付着したススを落とせばよい。

【0015】上述の方法によって、実際に非晶質カーボン粒子とC<sub>60</sub>が確実に分離採集されているかどうかを確認するため、第1のネット3による採集物および第2のネット4による採集物の、電子顕微鏡像および回折像を調べた。その結果、第1のネットによる採集物の大部分が非晶質カーボン粒子であり、第2のネットによる採集

物は大部分結晶化した $C_{60}$ であることがわかった。

【0016】図2には、本発明による方法を実施するのに適した装置の1例を示した。図2に示したように、装置は円筒状のベルジャー10を有している。ベルジャー10内の下部には、一対のアーク放電用炭素棒11が水平に配置され、ベルジャー10のステンレス製上蓋10aに支持されている。一方の炭素棒11aは、先端部が残りの部分より小さい径となるように形成されており、また、一対の炭素棒11の対向する先端面は互いに接触している。この場合、一対の炭素棒11の先端面は、適当な間隔をおいて対置されていてもよい。一対の炭素棒11は、放電用外部電源17に接続されている。

【0017】ベルジャー10の内部には、炭素棒11の上方に、ドーム状の第1のステンレス製ネット12が、その開口を炭素棒11に臨ませて配置され、(図示はしない)適当な部材によってベルジャー10の上蓋10aに支持されている。第1のネット12は、約2~3mmのメッシュを有している。ベルジャー10の内部における第1のネット12の上方には、平板状の第2のステンレス製ネット13が、水平に配置され、(図示はしない)適当な部材によってベルジャー10の上蓋10aに支持されている。第2のネット13は、約1mmのメッシュを有している。

【0018】第1のネット12および第2のネット13は、それぞれ、アーク放電時に炭素棒11から生じる煙の温度特性から予め決定される高さ位置に配置されている。すなわち、第1のネット12は、煙の温度が約400~500℃となる高さ位置に、第2のネット13は、煙の温度が約300~350℃となる位置に配置されている。

【0019】ベルジャー10の下蓋10bには、ベルジャー内部を真空に引くための真空ポンプ14、およびベルジャー内部に不活性ガスを導入するための不活性ガス貯蔵装置15が、それぞれバルブ18、バルブ19を介して接続されている。さらにベルジャー10の下蓋10bには、ベルジャー内部の真空度を測定するための真空計16が接続されている。

【0020】以下、この装置の作動方法について説明する。まず最初、真空ポンプ14が作動せしめられ、ベルジャー10の内部が真空に引かれる。ベルジャー内部が適当な真空状態となった時点でバルブ18が閉じられる一方、バルブ19が開放されて、不活性ガス貯蔵装置15からベルジャー内部に不活性ガスが導入される。このとき、導入される不活性ガスのガス圧が真空計16によって測定される。こうして、ベルジャー10の内部に、約100 Torrの不活性ガス雰囲気形成される。

【0021】その後、アーク放電が行われる。アーク放電によって、炭素棒11は3000℃以上に加熱され、炭素棒11から煙が発生し、ベルジャー内部に発生したガスの対流とともに第1のネット12に向かって上昇す

る。煙の温度は、ネット12の領域において約400~500℃であり、この温度で $C_{60}$ はまだ分子の状態である。よって、 $C_{60}$ 分子は第1のネット12のメッシュを通過してさらに上昇するが、非晶質カーボン粒子は第1のネット12に付着する。こうして、第1のネット12によって煙中の非晶質カーボン粒子の大部分が除去される。

【0022】第1のネット12を通過した高濃度の $C_{60}$ 分子を含む煙は、ガスの対流とともに上昇し第2のネット13に達する。煙の温度は、第2のネット13の領域において約300~350℃であり、 $C_{60}$ 分子の結晶化に適した温度になっている。したがって、 $C_{60}$ 分子は第2のネット13上で結晶化し、ネット13に付着する。第2のネット13に一定量のススが付着した時点でネット13を回収し、ネット13のススをハケで落として集めることによって $C_{60}$ が簡単に得られる。

【0023】このように、本発明によれば、炭素電極からの高さに関係して非晶質カーボン粒子と $C_{60}$ とを容易に分離採集することができる。その結果、従来のような、有機溶剤を用いてススから非晶質カーボン粒子と $C_{60}$ とを分離するという、非効率的で時間を浪費する作業が不必要となる。そして、 $C_{60}$ を極めて簡単に、効率良く採集することが可能となる。

【0024】なお、この実施例では、ベルジャーに対するガスの出入りがない状態で $C_{60}$ を採集するようにしたが、不活性ガス貯蔵装置からガスを導入する一方で、上蓋からガスを引き、ガスを引くポンピング速度とガス導入量をバランスさせながら、ベルジャーの内部が約100 Torrになるようにしてガスを流しながら $C_{60}$ を採集することもできる。この場合には、一度により多くの $C_{60}$ を採集することができる。

#### 【0025】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、炭素の固体を不活性ガス雰囲気中において加熱し、それによって生じた煙の温度特性に基づいて、 $C_{60}$ と非晶質カーボン粒子とを分離採集することができるので、従来のような、有機溶媒を用いたススからの $C_{60}$ の分離作業を行う必要がなくなる。そして、 $C_{60}$ を極めて簡単かつ効率良く採集することが可能となり、よって $C_{60}$ を安価に提供できるようになる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による $C_{60}$ を採集するための方法を概略的に説明した図である。

【図2】本発明による $C_{60}$ を採集するための装置の1実施例を概略的に示した縦断面図である。

【図3】図1に示した状況において、炭素電極から生じる煙の温度を、炭素電極からの高さの関数としてプロットしたグラフである。

#### 【符号の説明】

1 アーク放電用炭素電極

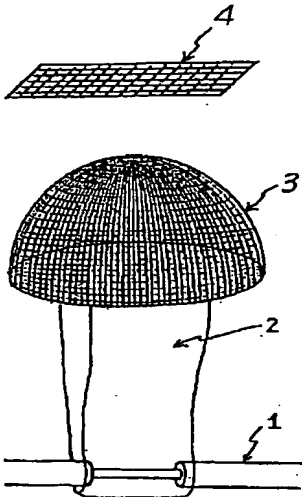
2 煙

3 第1のネット (フィルター手段)

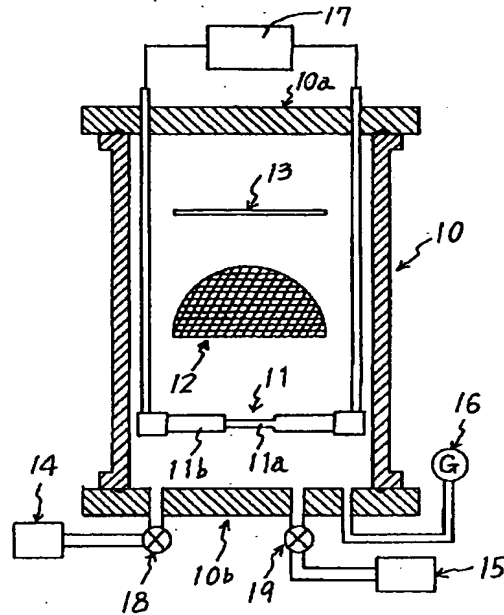
\* 4 第2のネット (採集手段)

\*

【図1】



【図2】



【図3】

